

① 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 49-55650

④公開日 昭49.(1974) 5. 30

②特願昭 47-98026

②出願日 昭47.(1972) 10. 2

審査請求 未請求 (全2頁)

庁内整理番号

⑤日本分類

7419 44

16 D415

6939 4A

1308411

特 許 願

昭和47年7月10日

特許庁長官 山 崎 夫 殿

1. 発明の名称

ビタミンK₂の製造法

2. 発明者

住 所 東京都板橋区高島平3丁目10番23号

氏 名 山 崎 夫 正 (ほか2名)

3. 特許出願人

郵便番号 ①①②

住 所 東京都文京区小石川4丁目6番10号

名 称 (021) エーザイ株式会社

代表者 山 崎 夫 正

4. 添付書類の目録

(1) 明細書 1 通

(2) 願書副本 1 通

(3) 特許証書 1 通

47-098026

明 細 書

1. 発明の名称

ビタミンK₂の製造法

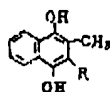
2. 特許請求の範囲

ジヒドロビタミンK₂を過酸化鉛で酸化してビタミンK₂を得るに際して反応系に過酸を存在せしめる事を特徴とする、ビタミンK₂の製造法

3. 発明の詳細な説明

本発明はジヒドロビタミンK₂を酸化してビタミンK₂を製造する方法に関するものである。

本発明に使用するジヒドロビタミンK₂は次式



式中 R は $-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-$ である。

n は 5 ~ 7 の整数を表す

の構造を有し、具体的には例えば 2-メチル-3-グラニルグラニル-1,4-ナフトヒドロキノン (n=3), 2-メチル-3-ファルネシル-グラニル-1,4-ナフトヒドロキノン (n=4), 2-メチル-3-ファルネシル-グラニルグラニル-1,4-ナフトヒドロキノン (n=6) 等が挙げられる。

従来ヒドロキノンを酸化して対応するキノン体とする方法としては酸化剤として酸化銀、過酸化鉛等金属鹽化物を使用する方法が知られていた。(特公昭39-17514)。しかしこの方法をジヒドロビタミンK₂の酸化に適用しても酸化が充分進行せず原料回収にとどまる場合が多く、低収率又は製品の純度低下を来す結果となっている。本発明はこの欠点を排除して純度の高いビタミンK₂を高収率にて得る事を目的とするものである。

本発明の方法はジヒドロビタミンK₂を過酸化鉛で酸化してビタミンK₂を製造するに際して反応系に過酸の過量を存在せしめる事により行われる。

反応溶媒としては例えばエーテル、石油系溶媒、アセトン、クロロホルム、ベンゼン系溶媒、ヘキサン、酢酸エチルエステル等の溶媒、その分野において使用され得る有機溶媒の一種または任意混合させたものを使用する事ができる。本発明の方法で得られたヒニリンR₂の純度は96.5~98%と非常に高いものであった。次に実施例により本発明を説明する。

実施例1) 2-メチル-3-グラニルグラニル-1,4-ナフトヒドロキノンの合成

2-メチル-3-グラニルグラニル-1,4-ナフトヒドロキノンを40g、ヘキサン500ml、酢酸エチルエステル100mlからなる混合溶媒に溶解し、25~30℃に保温しながら攪拌下に活性炭1g、水10ml、粉末状濃硫酸20gを加える。これに氷塊15gを3分間を空けて滴下して加える。滴加終了後攪拌するとわずかに発熱しながら反応は進行する。更に30分間25℃前後にて加熱攪拌し反応を行なわせる。反応の進行具合はエーリ-エンゲル試薬で検出する。反応終了後、水

5-

5. 前記以外の発明者

住 所 埼玉県本庄市柏1丁目10番10号
氏 名 森 重

住 所 埼玉県深谷市国清寺422番6号
氏 名 小 西 豊 介

特開 昭49- 55650 (2)

300mlを加え生じた水アノ状物質を溶解し次いで過振作を行ない、戸液を分液して有機溶媒層を取る。有機溶媒部分を水300mlで洗滌した後、減圧濃縮して、黄赤色の油状物質を得る。

収量39g (収率97%)

特許出願人

エーザイ株式会社